

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-114202

(43)Date of publication of application : 26.04.1994

(51)Int.Cl.

B01D 11/00  
B01J 20/00  
// B01D 15/00

(21)Application number : 04-263826

(71)Applicant : JAPAN TOBACCO INC

(22)Date of filing : 01.10.1992

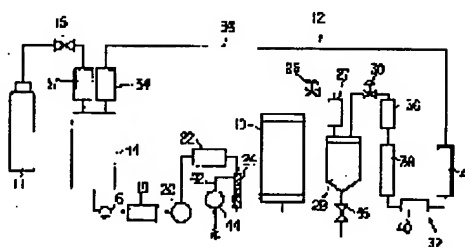
(72)Inventor : KOMATA YUKIO  
INOUE NAOKO  
OUCHI MAKOTO  
NUMATA KAZUO  
TSUCHIDA MASAHIRO

## (54) METHOD AND DEVICE FOR PURIFYING HIGH PRESSURE FLUID CONTAINING IMPURITIES

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method and device for purifying a high pressure fluid capable of efficiently and economically purifying even a high pressure fluid containing a large quantity of impurities such as moisture and volatile matter.

CONSTITUTION: After reducing the relative humidity of a high pressure fluid by heating it with a heater 36, the volatile component in the high pressure fluid is adsorbed and removed by a 1st adsorbent in a 1st adsorbing tower and after succeedingly the high pressure fluid is cooled by a cooler 40 to increase the relative humidity up to about 100%, the moisture in the high pressure fluid is adsorbed and removed by a 2nd adsorbent in a 2nd adsorbing tower 42.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-114202

(43)公開日 平成6年(1994)4月26日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 11/00		6525-4D		
B 0 1 J 20/00		7202-4G		
// B 0 1 D 15/00	Z			

審査請求 未請求 請求項の数2(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-263826

(22)出願日 平成4年(1992)10月1日

(71)出願人 000004569

日本たばこ産業株式会社  
東京都品川区東品川4丁目12番62号

(72)発明者 小俣 行雄

神奈川県横浜市緑区梅が丘6番地2 日本  
たばこ産業株式会社たばこ中央研究所内

(72)発明者 井上 直子

神奈川県横浜市緑区梅が丘6番地2 日本  
たばこ産業株式会社たばこ中央研究所内

(72)発明者 大内 誠

神奈川県平塚市黒部丘1番地77 日本たば  
こ産業株式会社平塚工場内

(74)代理人 弁理士 鈴江 武彦

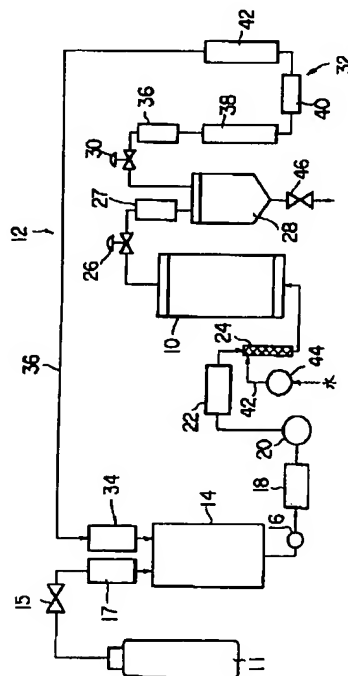
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 不純物を含む高压流体の精製方法および精製装置

(57)【要約】

【目的】本発明の目的は、水分や揮発性成分等の不純物を多く含む高压流体であっても効率よくかつ経済的に精製することのできる高压流体の精製方法および精製装置を提供することにある。

【構成】この発明に係る精製装置および精製方法によれば、加熱器36により高压流体を加熱してその相対湿度を低下させた後、第1の吸着塔38内の第1の吸着剤により高压流体中の揮発性成分を吸着除去し、続いて、高压流体を冷却器40により冷却してその相対湿度を約100%まで上昇させた後、第2の吸着塔42内の第2の吸着剤により高压流体中の水分を吸着除去している。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水、揮発性成分を含む高压流体を精製する精製方法において、上記高压流体を加熱して高压流体の相対湿度を低下させる工程と、揮発性成分を吸着する吸着剤により、上記加熱された高压流体中の揮発性成分を吸着する工程と、揮発性成分の吸着された上記高压流体を冷却して高压流体の相対湿度を上昇させる工程と、水分を吸着する吸着剤により、上記冷却された高压流体中の水分を吸着する工程と、を備えたことを特徴とする精製方法。

【請求項2】 水、揮発性成分を含む高压流体を精製する精製装置において、上記高压流体を加熱して高压流体の相対湿度を低下させる加熱手段と、揮発性成分を吸着する吸着剤を有し、上記加熱された高压流体中の揮発性成分を吸着する第1の吸着手段と、揮発性成分の吸着された上記高压流体を冷却して高压流体の相対湿度を上昇させる冷却手段と、水分を吸着する吸着剤を有し、上記冷却された高压流体中の水分を吸着する第2の吸着手段と、を備えたことを特徴とする精製装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、不純物を含む高压流体の精製方法および精製装置に関し、特に、天然固体材料等の被抽出原料から所望の可溶物を抽出する際に使用された高压流体を精製方法および精製装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、被抽出原料から所望の成分を抽出する方法として、高压流体を利用した抽出方法が注目されている。例えば、たばこ、コーヒー、紅茶等の固体天然材料からニコチン、カフェイン等の可溶物を抽出する場合、抽出剤として、二酸化炭素、窒素、亜酸化窒素、エタン、プロパン、エチレン等の高压流体が使用される。安全性、取扱性に優れ、かつ、価格も安いことから、特に、二酸化炭素が広く用いられている。また、最近では、溶解特性に優れた超臨界状態の二酸化炭素を使用する抽出方法が注目されている。

【0003】例えば、二酸化炭素を用いて被抽出原料から可溶物を抽出する場合、まず、二酸化炭素は液化され、超臨界圧力以上および超臨界温度以上に加圧および加熱される。超臨界状態の二酸化炭素は、被抽出原料の充填された抽出容器を通して流れ、その際、被抽出原料中の可溶物は二酸化炭素内へ溶出し被抽出原料から抽出される。続いて、可溶物を含有した超臨界状態の二酸化炭素は減圧することにより気化され、その際、多くの可溶物が二酸化炭素から析出し分離される。その後、一部の可溶物、例えば、水、揮発性成分等を含有した二酸化炭素は、吸着剤が充填された精製器へ送られ、ここで、可溶物が吸着除去されて二酸化炭素が精製される。

そして、精製された二酸化炭素は冷却されて液化した後、再度、可溶物の抽出に使用される。

【0004】従来、精製器には、揮発性成分を吸着する活性炭等の吸着剤と、水を吸着するアルミナ、シリカゲル、モレキュラーシーブ、活性白土、ゼオライト等の吸着剤と、と一緒に充填されており、水および揮発性成分を1つの精製器内で同時に吸着除去している。そして、これらの吸着剤は、処理される被抽出原料の化学成分等によって選択されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来のように、水および揮発性成分を1つの精製器内で同時に吸着除去する場合、以下の問題が生じる。つまり、精製器を通過する抽出剤としての高压流体が水および揮発性成分を多く含んでいる場合、揮発性成分を吸着するための吸着剤は高压流体中の水分により加湿され、その寿命が短くなるとともに吸着効果を十分に発揮することができない。同様に、水を吸着するための吸着剤は、高压流体中の揮発性成分の影響により、寿命が短くなるとともに吸着効果を十分に発揮することができない。そのため、精製器内の吸着剤を早期に交換あるいは再生する必要がある不経済であるとともに、吸着剤の吸着効果が低く高压流体を効率よく精製することができない。

【0006】この発明は以上の点に鑑みなされたもので、その目的は、水分や揮発性成分等の不純物を多く含む高压流体であっても効率よくかつ経済的に精製することのできる高压流体の精製方法および精製装置を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、この発明の精製方法によれば、高压流体を加熱することにより高压流体中の水の相対濃度（飽和溶解度に対する水の割合、以下相対湿度と言う）を低下させ、揮発性成分を吸着する吸着剤により上記加熱された高压流体中の揮発性成分を吸着し、その後、高压流体を冷却して相対湿度を上昇させた後、水分を吸着する吸着剤により高压流体中の水分を吸着している。

【0008】また、この発明に係る精製装置は、高压流体を加熱して高压流体の相対湿度を低下させる加熱手段と、揮発性成分を吸着する第1の吸着剤を有し、上記加熱された高压流体中の揮発性成分を吸着する第1の吸着手段と、揮発性成分の吸着された上記高压流体を冷却して高压流体の相対湿度を上昇させる冷却手段と、水分を吸着する第2の吸着剤を有し、上記冷却された高压流体中の水分を吸着する第2の吸着手段と、を備えている。

## 【0009】

【作用】上記のように構成されたこの発明に係る精製方法および精製装置によれば、不純物を含む高压流体は、まず、加熱手段により加熱される。それにより、高压流体の相対湿度が低下する。続いて、揮発性成分を吸着す

る第1の吸着剤により、高圧流体中の揮発性成分が吸着除去される。この場合、高圧流体の相対湿度が低いため、第1の吸着剤への水分の吸着が減少し、第1の吸着剤の寿命の低下および吸着能力の低下が防止される。

【0010】続いて、高圧流体は冷却手段により冷却され、高圧流体の相対湿度はほぼ100%まで上昇する。その後、水分を吸着する第2の吸着剤により高圧流体中の水分が吸着除去される。この際、高圧流体の相対湿度はほぼ100%と高いため、第2の吸着剤により効率よく水分が吸着される。また、揮発性成分は既に吸着除去されているため、揮発性成分が第2の吸着剤へ吸着することがなく、第2の吸着剤の性能劣化および寿命の減少を防止することができる。

【0011】

【実施例】以下図面を参照しながら、この発明の実施例について詳細に説明する。まず、この発明に係る精製装置をたばこ原料からニコチンを抽出するニコチン抽出装置に組み合わせた実施例について説明する。

【0012】図1に示すように、ニコチン抽出装置は、原料としてのたばこ刻みが収容された抽出容器10を備え、この抽出容器は、抽出容器内を通して不活性抽出剤としての高圧流体、例えば、二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)を流すための閉塞回路12内に接続されている。閉塞回路12は貯蔵タンク14を備え、この貯蔵タンクにはポンベ11から弁15および第1の熱交換器17を介してCO<sub>2</sub>が所定量供給される。CO<sub>2</sub>は、第1の熱交換器に17によって冷却され、液化した状態で貯蔵タンク14に収納される。貯蔵タンク14は、流量計16および第2の熱交換器18を介して、第1のポンプ20の吸入口に接続されている。第1のポンプ20は、可変容量型の液体ポンプで構成され、その吐出口は、第3の熱交換器22およびラインミキサとしてのスタティックミキサ24を介して抽出容器10の下端に接続されている。

【0013】抽出容器10の上端部は、第1の圧力調整弁26および第4の熱交換器27を介して分離器28に接続され、分離器は、更に、第2の圧力調整弁30、精製装置32および第5の熱交換器34を介して貯蔵タンク14に接続されている。閉塞回路12を構成する上述の要素は流通パイプ36により接続されている。

【0014】精製装置32は、加熱手段としての加熱器36と、第1の吸着手段としての第1の吸着塔38と、冷却手段としての冷却器40と、第2の吸着手段としての第2の吸着塔42と、を備え、これらは、第2の圧力調整弁30と第5の熱交換器34との間に順に接続されている。

【0015】加熱器36は、蒸気、温水、あるいは、分離器28の出口におけるCO<sub>2</sub>の温度が室温よりも低い場合には吸熱を利用した熱交換器によって、又は電気ヒータによって構成されている。第1の吸着塔38には、揮発性成分を吸着する第1の吸着剤として、主に活性炭

が充填されている。第1の吸着剤の粒径は、取扱い性、圧力損失、塔内での破壊等を考慮して、約2~48メッシュ、好ましくは4~8メッシュに設定されている。冷却器40は、水冷、空冷、あるいは、第1の吸着塔38の出口におけるCO<sub>2</sub>ガスの温度が室温よりも高い場合には放熱を利用した熱交換器によって構成されている。また、第2の吸着塔42には、水分を吸着する第2の吸着剤として、例えば、活性アルミナが充填されている。第2の吸着剤の粒径は、取扱い性、圧力損失、塔内での破壊、再生条件等を考慮して、約2~48メッシュ、好ましくは4~8メッシュに設定されている。なお、第2の吸着剤としては、モレキュラシーブ、シリカゲル、活性白土、ゼオライト等を使用することができる。

【0016】上記のように構成されたニコチン抽出装置を用いてたばこ原料からニコチンを抽出する方法およびCO<sub>2</sub>を精製する方法について説明する。まず、所定量のCO<sub>2</sub>が貯蔵タンク14に供給された後に弁15が閉じられ、続いて、第1のポンプ20が作動される。すると、CO<sub>2</sub>は貯蔵タンク14から流量計16を介して第2の熱交換器18に流入し、ここで再度冷却されて完全に液化される。そして、CO<sub>2</sub>は第1のポンプ20で所定の圧力に圧縮された後に第3の熱交換器22に流入し、ここで約70℃に加熱されて超臨界状態(31.1℃以上、75.3kg/cm<sup>2</sup>以上)となる。超臨界状態のCO<sub>2</sub>はスタティックミキサ24に流入する。同時に、スタティックミキサ24には、第2のポンプ44により所望の量に調整された水が供給される。従って、CO<sub>2</sub>および水は、スタティックミキサ24内を一緒に流れることにより混合溶解され、所望の含水率を有するCO<sub>2</sub>がスタティックミキサから流出される。このように、水を添加することにより、超臨界状態のCO<sub>2</sub>の溶解特性が向上する。好ましい含水率は、各抽出温度および抽出圧力におけるCO<sub>2</sub>への水の飽和溶解量の50~70%、最も好ましくは60%である。例えば、抽出容器内の抽出温度が60℃、抽出圧力が300kg/cm<sup>2</sup>の条件で抽出を行なう場合には、水の添加量は、1.9~2.7g/kg-CO<sub>2</sub>が好ましい。

【0017】続いて、水を含有した超臨界状態のCO<sub>2</sub>は抽出容器10に流入し抽出容器内のたばこ刻み内を流通する。その際、たばこ刻み内のニコチンはCO<sub>2</sub>に溶解し、たばこ刻みから抽出される。ニコチンを含有したCO<sub>2</sub>は、抽出容器10から第1の圧力調整弁26を通り、ここで超臨界圧力未満の圧力に減圧される。減圧されることによりCO<sub>2</sub>の溶解力が低下し、CO<sub>2</sub>からニコチンが析出される。そして、CO<sub>2</sub>は第4の熱交換器27を介して分離器28に流入し、これらの熱交換器および分離器内で加熱されて気化し水およびニコチンと分離される。析出した抽出物質としてのニコチンおよび水は分離器28内に貯留され、抽出処理の終了後あるいは抽出処理中、弁46を介してニコチン抽出装置の外方へ

排出される。

【0018】ニコチンが分離されたCO<sub>2</sub>は、第2の圧力調整弁30により更に減圧された後に精製装置32に流入し、ここでCO<sub>2</sub>内に残留する水分および揮発性成分等の不純物が除去されて精製される。詳細には、第2の圧力調整弁30を通過したCO<sub>2</sub>ガスは、加熱器36によって、例えば35℃のCO<sub>2</sub>ガスは約47℃に加熱され、それにより、その相対湿度が約50%以下に下げられる。続いて、CO<sub>2</sub>ガスは第1の吸着剤が充填された第1の吸着塔38内を流れて、その際、CO<sub>2</sub>ガス中の揮発性成分は第1の吸着剤により吸着除去される。

【0019】その後、揮発性成分の除去されたCO<sub>2</sub>ガスは冷却器40に流入し、相対湿度が約80~100%となる温度（約35度）まで冷却される。冷却されて相対湿度の上昇したCO<sub>2</sub>ガスは、第2の吸着剤が充填された第2の吸着塔42内を流れて、その際、CO<sub>2</sub>ガス中の水分は第2の吸着剤により吸着除去される。このようにして水分および揮発性成分が除去されて精製されたCO<sub>2</sub>ガスは、第5の熱交換器34で冷却されて液化した後、貯蔵タンク14へ戻される。

【0020】以上の工程を所定時間繰り返すことにより、抽出容器10内のたばこ刻みからニコチンが抽出され、所望のニコチン含有率を有するたばこ刻みが生成される。

【0021】以上のように構成された精製装置を備えたニコチン抽出装置によれば、第1の吸着塔38に流入する前に、CO<sub>2</sub>ガスは加熱器36により加熱されてその相対湿度が低下する。そのため、CO<sub>2</sub>ガスが第1の吸着塔38内を通過する際、第1の吸着剤としての活性炭の表面における水の凝縮が大幅に減少する。従って、活性炭が過度に加湿されることがなく、活性炭の寿命低下が防止されるとともに、活性炭はその吸着能力を最大限に発揮でき、揮発性成分を効率よく吸着することができる。そして、吸着効率の向上に伴い、活性炭の使用量を低減することができる。

【0022】図2は、CO<sub>2</sub>ガスの相対湿度と活性炭の水の飽和吸着量との関係を示し、図3は、CO<sub>2</sub>ガスの相対湿度と活性炭の揮発性成分（酢酸）の吸着量との関係を示している。これらの図から、CO<sub>2</sub>ガスの相対湿度が低い程、水の飽和吸着量が低下するため、活性炭は水を吸着せず、かつ、相対湿度が低い程、活性炭の揮発性成分吸着能力が向上することが分かる。

【0023】上記のように、第1の吸着塔38内においてCO<sub>2</sub>ガス中の揮発性成分が効率よく吸着除去されることから、第2の吸着塔42に流入するCO<sub>2</sub>ガスには揮発性成分がほとんど含まれていない。そのため、第2の吸着塔42内の第2の吸着剤に揮発性成分が吸着することがなく、第2の吸着剤はその吸着能力を最大限に発揮することができるとともに劣化が防止される。また、

精製装置32によれば、CO<sub>2</sub>ガスは、第2の吸着塔42に流入する前に、冷却器40により冷却されてその相対湿度が約100%近くまで上昇される。そのため、第2の吸着剤は一層効率よくCO<sub>2</sub>ガス中の水分を吸着することができる。

【0024】図4はCO<sub>2</sub>ガスの相対湿度と、第2の吸着剤としての活性アルミナの水の吸着容量との関係を示しており、この図からも、相対湿度が高い程、活性アルミの吸着容量、つまり、吸着能力が向上することが分かる。

【0025】以上のことから、精製装置32によれば、第1および第2の吸着剤の寿命低下を防止することができる。従って、精製装置32により、CO<sub>2</sub>中の不純物を効率よく吸着除去することが可能となる。

【0026】また、上記のように、抽出容器10を通過した後のCO<sub>2</sub>中の水分は精製装置32により充分に除去され、精製されたCO<sub>2</sub>中の水分量は常に一定、つまり、ほぼゼロとなっている。そのため、本実施例のように、エントレーナとしての水をCO<sub>2</sub>に添加する場合、添加後のCO<sub>2</sub>の含水率を一定にすることができる。従って、常に所望の含水率を有するCO<sub>2</sub>によりニコチンの抽出を行なうことができ、品質の均一な製品を安定して供給することができる。

【0027】更に、閉塞回路12内を循環するCO<sub>2</sub>中の水分を精製装置32によりほぼ完全に除去できることから、CO<sub>2</sub>が第2の熱交換器18によって冷却される際、第2の熱交換器内における水の凝縮、凍結やハイドレートの生成を防止することができる。その結果、ニコチン抽出装置の安定した運転が可能となる。

【0028】なお、この発明は上述した実施例に限定されることなく、この発明の範囲内で種々変更可能である。

【0029】例えば、精製装置および精製方法によって精製される不活性抽出剤、つまり、高圧流体は、二酸化炭素に限らず、窒素、亜酸化窒素、エタン、プロパン、エチレン等を用いてもよい。また、上述した精製装置および精製方法は、たばこ原料からのニコチンの抽出に使用した高圧流体の精製に限らず、他の被抽出原料、例えば、紅茶、緑茶、コーヒー等からカフェイン等の他の可溶物の抽出に使用した高圧流体の精製にも適用できることは言うまでもない。更に、精製装置および精製方法は、超臨界クロマトグラフィー等にも適用することができる。

【0030】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、水分や揮発性成分等の不純物を多く含む高圧流体であっても効率よくかつ経済的に精製することのできる高圧流体の精製方法および精製装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の一実施例に係る精製装置を備えたニコチン抽出装置を概略的に示す図。

【図2】二酸化炭素の相対湿度と活性炭の水の飽和吸着量との関係を示す特性図。

【図3】二酸化炭素の相対湿度と活性炭の酢酸吸着量との関係を示す特性図。

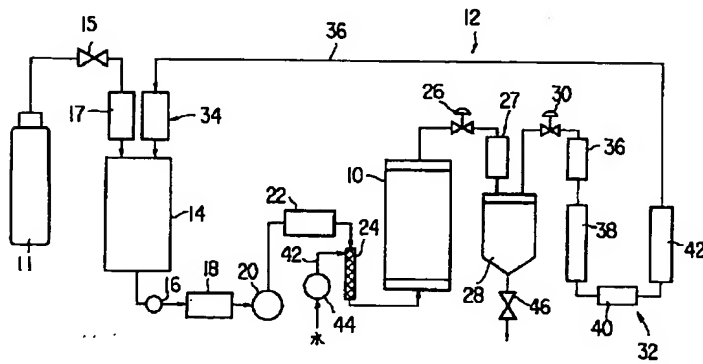
【図4】二酸化炭素の相対湿度と活性アルミナの水の吸

着容量との関係を示す特性図。

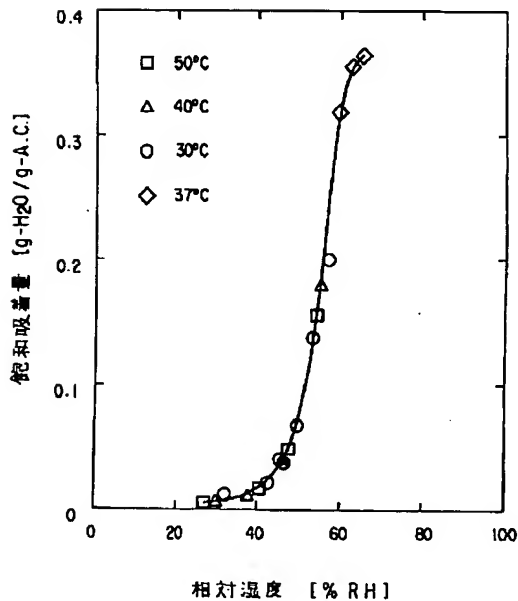
【符号の説明】

10…抽出容器、12…閉塞回路、14…貯蔵タンク、17、18、22、27、34…熱交換器、24…スタティックミキサ、32…精製装置、36…加熱器、38…第1の吸着塔、40…冷却器、42…第2の吸着塔。

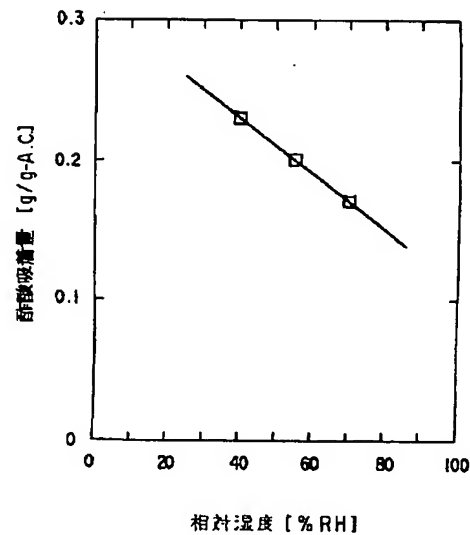
【図1】



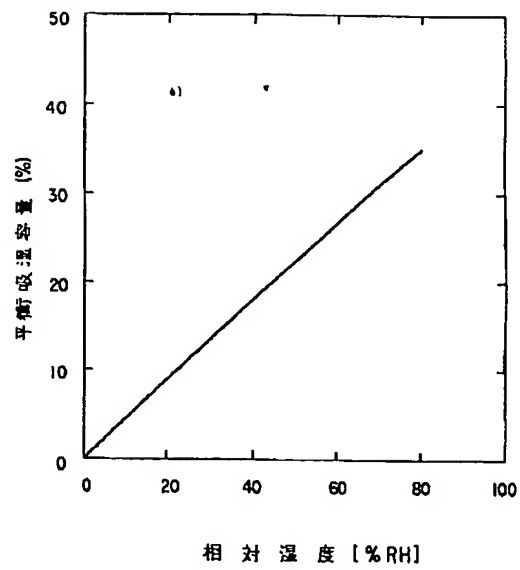
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 沼田 和夫  
神奈川県平塚市黒部丘1番地77 日本たば  
こ産業株式会社平塚工場内

(72)発明者 土田 雅裕  
東京都品川区東品川四丁目12番62号 日本  
たばこ産業株式会社内